

PAT-NO: JP403234359A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03234359 A
TITLE: DIFFUSION JOINED JOINT AND JOINING
METHOD FOR PARTICLE DISPERSION REINFORCED ALLOY
PUBN-DATE: October 18, 1991

INVENTOR-INFORMATION:
NAME
OGAWA, KAZUHIRO
KOMIZO, YUICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:
NAME COUNTRY
SUMITOMO METAL IND LTD N/A

APPL-NO: JP02029037
APPL-DATE: February 8, 1990

INT-CL (IPC): B23K001/00, B23K020/00
US-CL-CURRENT: 228/194

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide the diffusion joined joint having excellent high-temp. strength and the joining method by forming the joint layer of the diffusion joined joint so as to have the compsn. equiv. to the compsn. of a particle dispersion reinforced alloy which is a base material and dispersing the particles into the entire part of the joint layer.

CONSTITUTION: The alloy compsn. of the insert thin strip in the joining

method to execute joining with the thin strip and insert powder is formed of the compsn. contg. 4 to 9wt.% Si and 0.5 to 2.5% B in the particle dispersion reinforced alloy of the base material. The above-mentioned powder is formed of the mixture composed of the powder which has the spherical shape of ≥ 0.5 ratio of the minor axis to the major axis and has the same compsn. as the compsn. of the above-mentioned powder and oxide particles. The base materials are pressurized and joined in the temp. region of the m.p. or above of the above-mentioned thin strip and $\leq 1300^{\circ}\text{C}$. The alloy to be used as the base material may be any, insofar as the alloy is the ODS alloy (particle dispersion reinforced alloy); there is no need for limiting the alloy to the ODS alloy of a specific kind. The diffusion joined joint having the excellent high-temp. strength and the joining method are obtd. in the joined joint of the ODS alloy.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平3-234359

⑤ Int. Cl.⁵

B 23 K 1/00

20/00

識別記号

3 1 0

3 1 0

庁内整理番号

J

K

L

M

6689-4E

6689-4E

7147-4E

7147-4E

④ 公開 平成3年(1991)10月18日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

④ 発明の名称 粒子分散強化合金の拡散接合継手および接合法

⑥ 特 願 平2-29037

⑦ 出 願 平2(1990)2月8日

⑦ 発 明 者 小 川 和 博 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

⑦ 発 明 者 小 溝 裕 一 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

⑦ 出 願 人 住友金属工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

⑦ 代 理 人 弁理士 広瀬 章一 外1名

明 細 書

(産業上の利用分野)

1. 発明の名称

粒子分散強化合金の拡散接合継手および接合法

本発明は、例えば高温装置材料、部品等に適用可能な粒子分散強化合金の特徴であるクリープ強度を損なうことのない粒子分散強化合金の拡散接合継手および接合法に関する。

2. 特許請求の範囲

(1) 粒子分散強化合金の拡散接合継手であって、前記拡散接合継手の接合層が母材である粒子分散強化合金と同等の組成を有し、かつ接合層全体に粒子が分散されてなることを特徴とする粒子分散強化合金の拡散接合継手。

(従来の技術)

一般的に、金属材料は高温環境下では強度が低下する。

(2) 薄帯および粉末を介して行う粒子分散強化合金の被接合母材の突き合わせによる接合法であって、前記薄帯の合金組成を母材の粒子分散強化合金が4～9重量%のSiおよび0.5～2.5重量%のBを含有する組成とし、さらに前記粉末を長径に対する短径の比が0.5以上の球形状であって、前記母材と同じ組成の粉末と酸化物粒子との混合物とするとともに、前記薄帯の融点以上1300℃以下の温度域にて加圧して接合することを特徴とする粒子分散強化合金の接合法。

しかし、航空機のエンジン、ガスタービン等の効率向上をはかるためには、金属材料のこのような欠点を補い、より高温でしかも過酷な条件下でも使用することができる耐熱材料が望まれている。

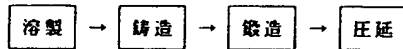
このような材料として、金属マトリックス中に酸化物を微細にかつ均一に分散させることにより、高温における強度の低下を改善した粒子分散強化合金(Oxide Dispersion Strengthened Alloy、以下単に「ODS合金」という)が開発されている。例えば、特公昭60-8296号公報により提案されているODS合金はその一例である。

3. 発明の詳細な説明

この特公昭60-8296号公報により提案されたO

ODS合金は、イットリウム等の酸化物を微細に分散させることによって、オーステナイト系ステンレス鋼等の従来の耐熱鋼に比較してかなり高いクリープ強度を得ている。すなわち、安定な酸化物の微細粒子をマトリックス中に均一に分散させると、かなりの高温域まで前記微細粒子により結晶中の転位の移動を阻止することができるため、優れたクリープ強度が得られるのである。

このようなODS合金は、通常の金属材料の製造に適用される下記のような工程、すなわち



という工程を用いて製造されたのでは、マトリックス中における微細粒子の均一な分散が実現されない。

そこで、ODS合金は、Ti、Al等を含む耐熱合金のマトリックス金属粉と酸化物の分散粒子粉とを混合、分散させてから焼結することを特徴とする、いわゆるメカニカルアロイング法を適用して、粉末成形法により製造されている。

そこで、微細粒子の凝集粗大化が生ずる温度以下の温度域で拡散接合する手段も考えられる。この場合には、接合界面の密着、すなわち金属原子同志の強固な結合を得ることが重要であり、このために低融点のインサート材により液相を介して接合する方法も考えられるが、この場合にも接合界面層では前記微細粒子が分散されないために十分な高温強度の改善はやはり期待できない。

ここに、本発明の目的は、上記課題を解決することにより、具体的には、ODS合金を母材とし、このODS合金の特徴である高温強度を損なうことのないODS合金の拡散接合継手および接合法を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、上記課題を解決するために種々検討を重ねた結果、ODS合金の接合部の高温強度を損なわないためには、接合部において分散させる微細粒子の凝集が顕著となる温度以下で接合することが重要であることを知見した。

しかし、固相接合法において、このような比較

(発明が解決しようとする課題)

ところで、このODS合金のような高温強度の優れた材料であっても、溶接時の接合部の強度が劣化したのでは、高温における優れた特性を十分活かすことはできない。したがって、接合部の高温強度を劣化させない接合技術の開発がODS合金の実用化に際しては大きな課題となる。

そこで、ODS合金の接合法を検討すると、従来から用いられている溶融溶接法(例えばレーザー溶接法)は適用可能であることがわかる。しかし、この溶融溶接法によると、溶融金属や高温に加熱された溶接熱影響部(以下、「HAZ」という)では、母材に均一に分散されていた微細粒子が凝集粗大化してしまう。したがって、微細粒子のこのような凝集によって、溶接金属、HAZの高温強度が母材に比較して低下することは避けられない。

このように、ODS合金の接合に際して溶融溶接法を適用すると、微細粒子の凝集粗大化により母材並のクリープ強度は得られないのである。

的低温度域における接合を行った場合には、接合面の密着度を確保するために、面の精度や接合雰囲気等の接合条件を厳しく管理する必要があり、その実施は容易ではないため、固相接合法よりも接合条件が比較的緩やかな液相を介した拡散接合法(液相拡散接合法)の適用を検討した。

この接合法は、母材であるODS合金の組成に融点降下元素、例えばP、Si、B等を添加した組成を有するインサート材を介して母材同士を突き合わせておき、接合の初期に前記インサート材を液相化させるとともに、接合中に融点降下元素を母材中に拡散させることにより接合層の組成および融点を母材に近づける方法である。

このような液相拡散接合法について、本発明者らはさらに検討を重ねた結果、このような融点降下元素を、母材と同じ組成を有し、球状化した粉末粒子とともにインサートすることにより、より短時間に融点降下元素を母材中に拡散させることができることを知見した。さらに、接合層を十分に分散強化するためには、この母材と同じ組成の

粒子粉末は、メカニカルアロイング法により酸化物の微粒子を分散させた粉末粒子を用いることにより、高能率にクリープ強度の優れた接合部を得ることが可能となることを知見した。

このような知見に基づいて、さらに検討を重ねた結果、本発明を完成するに至った。

ここに、本発明の要旨とするところは、粒子分散強化合金の拡散接合継手であって、前記拡散接合継手の接合層が母材である粒子分散強化合金と同等の組成を有し、かつ接合層全体に粒子が分散されてなることを特徴とする粒子分散強化合金の拡散接合継手である。

また、別の面からは、薄帯および粉末を介して行う粒子分散強化合金の被接合母材の突き合わせによる接合法であって、前記薄帯の合金組成を母材の粒子分散強化合金が4～9重量%のSiおよび0.5～2.5重量%のBを含有する組成とし、さらに前記粉末を長径に対する短径の比が0.5以上の球形状であって、前記母材と同じ組成の粉末と酸化物粒子との混合物とするとともに、前記薄帯の

およそ1100℃程度である。

次に、本発明において、前記母材の接合において用いる薄帯（インサート材）は、Si、Bを除く他の成分を母材であるODS合金と同じ組成とし、さらに4～9%のSiおよび0.5～2.5%のBを含有したものを用いる。これらの元素は、母材の融点降下元素として有効に作用する元素である。

本発明において、融点降下元素として、Si、Bに限定したのは、短時間で母材中に拡散させることが可能な元素だからである。

SiおよびBの含有量をそれぞれ $4\% \leq \text{Si} \leq 9\%$ 、 $0.5\% \leq \text{B} \leq 2.5\%$ と限定する理由は、以下のとおりである。まず、含有量の下限を設定したのは、インサート材の融点を十分低くするためである。インサート材の融点が高いと母材よりも十分低い温度（1300℃以下）での接合が不可能となってしまう、前述のように、接合強度の低下の問題を解消することができなくなるからである。一方、含有量の上限を設定したのは、接合に要する時間の長短を勘案したためである。含有量が多過ぎると、

融点以上1300℃以下の温度域にて加圧して接合することを特徴とする粒子分散強化合金の接合法である。

（作用）

以下、本発明を作用効果とともに詳述する。なお、本明細書において、特にことわりがない限り、「%」は「重量%」を意味するものとする。

まず、本発明において母材として用いる合金は、いわゆるODS合金であれば何でも良く、特定種のODS合金に限定する必要はない。例えば、13～25%程度のCrを含有し、他にAl、Ti、W、Mo等を必要に応じて添加してマトリックスそのものを強化したFe基合金もしくはNi基合金に、 Y_2O_3 の微細粒子を分散させたものを例示することができる。MA754、MA757（いずれもJNC O社の商品名）などはその例である。

また、これら以外の粒子分散強化合金としては、 ThO_2 を2%程度分散させたTDNi合金、TDNi-Cr合金などを例示することができる。

これらのODS合金の使用温度範囲の上限は、

拡散に長時間の加熱を要し、不経済となる。したがって、Siを4%以上9%以下、Bを0.5%以上2.5%以下と限定する。

次に、前記薄帯（インサート材）とともに粒子分散強化合金からなる母材同士の間、接合時に挿入する粉末について説明する。

本発明においては、前記母材と同一の組成のマトリックス粉末に、分散酸化物粒子（ Y_2O_3 、 Al_2O_3 、トリウム酸化物）をメカニカルアロイング法により分散させた粉末を用いる。また、この粉末は、長径に対する短径の比（短径/長径比）が0.5以上の球状粉である。

この粉末は平均粒径500μm以下の粒径、分散酸化物粒子である Y_2O_3 、 Al_2O_3 、トリウム酸化物は平均粒径1μm以下の粒径とすることが望ましい。

このように粉末の粒径および形状（長径および短径の比）を限定することが望ましい理由は、インサート材である薄帯中のSiおよびBの母材中への拡散を促進するためであり、この範囲外では、Si、Bの拡散は速くならない。したがって、粉末

の短径と長径との比が0.5以上であって、望ましくはその平均粒径が500 μ m以下の球状粉を用いる。

なお、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 、トリウム酸化物粒径は、十分な分散強化機能をもたせるために、平均粒径1 μ m以下と限定することが望ましい。

なお、上記平均粒径は、通常行われているふるい分級法にて求めることができる。

このようにして、ODS合金の母材同士を前記薄帯と前記粉末とを介して突き合わせ、前記薄帯の融点以上1300℃以下の温度域において接合を行う。

これは、前述したように、これ以上の温度では、分散粒子が凝集して接合部の高温強度の低下を招くことになるからである。

また、下限温度はインサート材の融点以上であれば良いが、Si、Bの拡散を十分行わせる意味からは1150℃以上とすることがさらに望ましい。

また、接合時間はインサート材中のSi、Bが十分拡散するまでの時間であればよく、特に限定は必要ないが、通常300秒位で充分である。実際の

継手である。この接合継手の接合部全体で、前記粒子がマトリックス中に母材と同程度に均一分散しており、高いクリープ強度を有している。

さらに、本発明を実施例を用いて、詳述するが、これはあくまでも本発明の例示であって、これにより本発明が限定されるものではない。

実施例

前述した第1図に示すように、外径15mmの2本の母材である丸棒を厚さ30 μ mの薄帯および金属粉末を介して突き合わせた。そして、50ppm以下の酸素量に管理したAr雰囲気内で拡散接合した。なお、本実施例において母材としての丸棒は、第1表の化学組成を有する市販のODS合金(ODS1、ODS2)を用いた。

接合時間の選定にあつては、材料の寸法等をも勘案して適宜決定すればよい。

さらに、接合時の加圧力は0.2kgf/mm²以上4kgf/mm²以下であることが望ましい。0.2kgf/mm²未満では加圧力が不足して密着が不十分となり、一方加圧力が4kgf/mm²超では母材の変形が極めて大きくなってしまう。そこで、加圧力を0.2kgf/mm²以上4kgf/mm²以下とすることが望ましい。

第1図は、このような本発明の実施時の状況を示す略式説明図である。なお、加圧前に、前記薄帯と前記粉末とを母材間に保持しておくには、例えば有機バインダー等によって粉末および薄帯を母材に付着させておけばよい。

なお第1図では、薄帯の片側に粉末を挿入して示したが、両側に粉末を挿入してもよいことは無論である。

このようにして、接合された本発明にかかる拡散接合継手は、前記接合継手の接合層が母材粒子分散強化合金と同等の成分を有し、かつ接合層全体に粒子が分散されてなることを特徴とする接合

第 1 表 (wt%)

母材	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Co
ODS1	0.013	0.03	0.05	0.002	0.005	0.22	13.80	0.30	0.02
ODS2	0.05	0.03	0.05	0.002	0.004	残り	15.3	2.1	—

Ti	Al	Y	N	O	Y ₂ O ₃	Fe	融点(℃)	備 考
0.97	0.04	0.20	0.37	0.192	0.25	残り	1500	フェライト系 粒子分散合金
2.4	4.3	—	—	—	1.1	1.0	1480	オースサイト系 粒子分散合金

なお、薄帯は、母材を再溶解させて、SiおよびBを添加して回転するロールに噴出させて、急冷凝固させて製作したものを用いた。

また、母材マトリックスと同じ化学組成の金属粉末(平均粒径400 μ m)に Y_2O_3 の微粒子(平均粒径1 μ m)をメカニカルアロイング法により分散させた粉末を前記金属粉末として製作し利用した。金属粉末の使用量は0.1g/cm²程度であり、この金属

粉末を前記薄帯とともに母材間に保持するために、
パラフィンをバインダーとして金属粉末および薄
体を母材に保持しておき、その後に加圧を行った。

さらに、接合時の加熱は高周波誘導加熱により
行った。

このようにして接合した継手は、第2図に示す
形状の試験片に加工しODS1を650℃、30kgf/mm²
なる温度、応力条件下において、またODS2を1100
℃、10kgf/mm²なる温度、応力条件下において、
クリープ破断試験を行った。なお、結果は、同条
件での母材のクリープ破断時間との比で評価した。
また、母材のクリープ強度は押出方向の値とそれ
に直交する方向の値との相加平均値とした。

結果をまとめて第2表に示す。

なお、第2表中薄帯の欄に示す、例えばODS1+
7Si-1Bは、第1表のODS1にSi、Bを添加して最終
的に薄帯の成分がODS1+7Si-1Bの組成になったこ
とを示す。

第 2 表

試料 No	母材	薄 帯	ODSインサート粉末		接合温度 (℃)	接合時間 (秒)	加圧力 (kgf/mm ²)	クリープ破断時間 接合材/母材 *1	備考
			短径/長径比	粒径 (μm)					
1	ODS1	ODS1+7Si-1B	0.8	80	1200	300	2	0.95	本 発 明 例
2		ODS1+5Si-2B	"	"	"	"	"	0.93	
3		ODS1+7Si-1B	0.6	"	"	"	"	0.93	
4		"	0.8	210	"	"	"	0.89	
5		"	"	380	"	"	"	0.96	
6		"	"	80	"	"	0.5	0.92	
7		"	"	"	1280	"	2	0.96	
8		"	"	"	1180	1000	"	0.88	
9	ODS2	ODS2+8Si-0.6B	0.8	80	1200	300	2	0.87	比 較 例
10		ODS2+5Si-1.5B	"	"	"	"	"	0.91	
11	ODS1	ODS1+2Si **	0.8	80	1200	300	2	<0.1	
12		ODS1+7Si-1B	0.2 **	"	"	"	"	0.23	
13		"	なし **		"	"	"	0.61	
14		"	SUS 304 鋼粉のみ ** 0.8 80		"	"	"	0.45	
15		"	0.8	80	1350 **	"	"	0.60	
16		"	"	"	1200	"	— **	<0.1	

(注1) *1 : L方向とT方向の値の相加平均値

*2 : 本発明の範囲外

本発明例のように、適正なインサート薄帯、インサート粉末および接合条件を適用することにより、母材の80%以上の優れた高温強度を有する拡散接合継手が得られた。

これに対し試料№11ないし試料№14のように、インサート薄帯、インサート粉末が、本発明の条件を満たしていない場合や、あるいは試料№15および試料№16のように接合条件が適正でない場合には、高々母材の60%程度、もしくはそれを大きく下回るクリープ強度しか得られていないことがわかる。

以上により、本発明の効果が明らかである。

(発明の効果)

以上詳述したように、本発明法により、ODS合金の接合継手において、高温強度の優れた拡散接合継手および接合法が提供された。したがって、高温装置材料や部品の製造への適用が一層期待できることとなった。

かかる効果を有する本発明の意義は極めて著しい。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明にかかるODS合金の拡散接合法を示す略式説明図；および

第2図は、本発明の実施例で用いたクリープ試験片を示す略式断面図である。

出願人 住友金属工業株式会社

代理人 弁理士 広 瀬 章 一 (外1名)

